

PCT

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

(article 18 et regles 43 et 44 du PCT)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire D00-0437	POUR SUITE A DONNER voir la notification de transmission du rapport de recherche internationale (formulaire PCT/ISA/220) et, le cas échéant, le point 5 ci-après	
Demande internationale n° PCT/FR 00/ 01705	Date du dépôt international(jour,mois,année) 21/06/2000	(Date de priorité (la plus ancienne) (jour,mois,année) 23/06/1999
Déposant DEUTSCH, Richard		

Le présent rapport de recherche internationale, établi par l'administration chargée de la recherche internationale, est transmis au déposant conformément à l'article 18. Une copie en est transmise au Bureau international.

Ce rapport de recherche internationale comprend 3 feuilles.

☒ Il est aussi accompagné d'une copie de chaque document relatif à l'état de la technique qui y est cité.

1. Base du rapport

a. En ce qui concerne la **langue**, la recherche internationale a été effectuée sur la base de la demande internationale dans la langue dans laquelle elle a été déposée, sauf indication contraire donnée sous le même point.

☐ la recherche internationale a été effectuée sur la base d'une traduction de la demande internationale remise à l'administration.

b. En ce qui concerne **les séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), la recherche internationale a été effectuée sur la base du listage des séquences :

☐ contenu dans la demande internationale, sous forme écrite.

☐ déposée avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.

☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite.

☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.

☐ La déclaration, selon laquelle le listage des séquences présenté par écrit et fourni ultérieurement ne vas pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie.

☐ La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous forme déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles du listage des séquences présenté par écrit, a été fournie.

2. ☐ Il a été estimé que certaines revendications ne pouvaient pas faire l'objet d'une recherche (voir le cadre I).

3. ☐ Il y a absence d'unité de l'invention (voir le cadre II).

4. En ce qui concerne le **titre**,

☒ le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant.

☐ Le texte a été établi par l'administration et a la teneur suivante:

5. En ce qui concerne l'**abrégi**,

☒ le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant

☐ le texte (reproduit dans le cadre III) a été établi par l'administration conformément à la regle 38.2b). Le déposant peut présenter des observations à l'administration dans un délai d'un mois à compter de la date d'expédition du présent rapport de recherche internationale.

6. La figure **des dessins** à publier avec l'abrégi est la Figure n°

☐ suggérée par le déposant.

☐ parce que le déposant n'a pas suggéré de figure.

☐ parce que cette figure caractérise mieux l'invention.

☒ Aucune des figures n'est à publier.

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No

PCT/FR 00/01705

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 C10M175/00

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 C10M

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A ✓	WO 97 26314 A (DEUTSCH RICHARD) 24 juillet 1997 (1997-07-24) le document en entier ---	1-5
A ✓	FR 2 735 785 A (CHAVET BERNARD) 27 décembre 1996 (1996-12-27) le document en entier ---	1
A ✓	EP 0 033 546 A (PHILLIPS PETROLEUM CO) 12 août 1981 (1981-08-12) le document en entier ---	1
	-/--	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

9 octobre 2000

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

16/10/2000

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tél. (+31-70) 340-2040; Tx 31 651 epo nl
Fax (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Rotsaert, L

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

PCT/FR 00/01705

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	<p>✓ DATABASE WPI Section Ch, Week 197507 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class H07, AN 1975-11613W XP002133686 & JP 49 075601 A (T OHKUBO), 22 juillet 1974 (1974-07-22) abrégé</p> <p>---</p>	1
A	<p>✓ WO 94 01519 A (EKOKEM OY AB ;LINDSJÖE OLOF VERNER (FI); SAARIKOSKI HANNU SAKARI ()) 20 janvier 1994 (1994-01-20) le document en entier</p> <p>---</p>	1
A	<p>✓ DATABASE WPI Section Ch, Week 199308 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class H06, AN 1993-061872 XP002133687 & JP 05 009492 A (MITSUBISHI KAKOKI KAISHA), 19 janvier 1993 (1993-01-19) abrégé</p> <p>---</p>	1-5
A	<p>✓ CA 1 249 760 A (ALBERTA ALKALI PETROLEUMS LIMI) 7 février 1989 (1989-02-07) le document en entier</p> <p>-----</p>	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 00/01705

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9726314	A	24-07-1997	FR 2743570 A	18-07-1997
FR 2735785	A	27-12-1996	CA 2222704 A	09-01-1997
			EP 0835298 A	15-04-1998
			ES 2125208 T	01-03-1999
			WO 9700928 A	09-01-1997
			NO 976008 A	23-02-1998
			US 6072065 A	06-06-2000
EP 0033546	A	12-08-1981	US 4287049 A	01-09-1981
			AU 519860 B	24-12-1981
			AU 6548480 A	13-08-1981
			BR 8100087 A	11-08-1981
			CA 1142121 A	01-03-1983
			DK 49481 A	06-08-1981
			ES 499029 D	01-12-1981
			ES 8200918 A	16-02-1982
			FI 810313 A	06-08-1981
			GB 2068998 A	19-08-1981
			GR 73828 A	04-05-1984
			JP 56110797 A	02-09-1981
			NZ 195905 A	10-05-1983
			ZA 8007718 A	30-12-1981
JP 49075601	A	22-07-1974	JP 953641 C	31-05-1979
			JP 53021006 B	30-06-1978
WO 9401519	A	20-01-1994	FI 90252 B	30-09-1993
			AU 4502893 A	31-01-1994
JP 5009492	A	19-01-1993	NONE	
CA 1249760	A	07-02-1989	NONE	

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

NOTIFICATION D'ELECTION

(règle 61.2 du PCT)

Expéditeur: le BUREAU INTERNATIONAL

Destinataire:

Commissioner
US Department of Commerce
United States Patent and Trademark
Office, PCT
2011 South Clark Place Room
CP2/5C24
Arlington, VA 22202
ETATS-UNIS D'AMERIQUE
en sa qualité d'office élu

Date d'expédition (jour/mois/année) 02 mars 2001 (02.03.01)	Référence du dossier du déposant ou du mandataire D00-0437
Demande internationale no PCT/FR00/01705	Date de priorité (jour/mois/année) 23 juin 1999 (23.06.99)
Date du dépôt international (jour/mois/année) 21 juin 2000 (21.06.00)	Date de priorité (jour/mois/année) 23 juin 1999 (23.06.99)
Déposant DEUTSCH, Richard	

1. L'office désigné est avisé de son élection qui a été faite:

☒ dans la demande d'examen préliminaire international présentée à l'administration chargée de l'examen préliminaire international le:

28 décembre 2000 (28.12.00)

☐ dans une déclaration visant une élection ultérieure déposée auprès du Bureau international le:

2. L'élection ☒ a été faite

☐ n'a pas été faite

avant l'expiration d'un délai de 19 mois à compter de la date de priorité ou, lorsque la règle 32 s'applique, dans le délai visé à la règle 32.2b).

Bureau international de l'OMPI 34, chemin des Colombettes 1211 Genève 20, Suisse no de télécopieur: (41-22) 740.14.35	Fonctionnaire autorisé R. Forax no de téléphone: (41-22) 338.83.38
---	---

PCT/FR 00/01705

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 C10M

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 97 26314 A (DEUTSCH RICHARD) 24 July 1997 (1997-07-24) the whole document	1-5
A	FR 2 735 785 A (CHAVET BERNARD) 27 December 1996 (1996-12-27) the whole document	1
A	EP 0 033 546 A (PHILLIPS PETROLEUM CO) 12 August 1981 (1981-08-12) the whole document	1

	--- -/--	

☒ Patent family members are listed in annex.

- *A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E" earlier document but published on or after the international filing date
- *L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

[†] later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

*X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

'&' document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

9 October 2000

Date of mailing of the international search report

16/10/2000

Name and mailing address of the ISA
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer _____

Rotsaert, L

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 197507 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class H07, AN 1975-11613W XP002133686 & JP 49 075601 A (T OHKUBO), 22 July 1974 (1974-07-22) abstract	1
A	WO 94 01519 A (EKOKEM OY AB ;LINDSJOE OLOF VERNER (FI); SAARIKOSKI HANNU SAKARI () 20 January 1994 (1994-01-20) the whole document	1
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 199308 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class H06, AN 1993-061872 XP002133687 & JP 05 009492 A (MITSUBISHI KAKOKI KAISHA), 19 January 1993 (1993-01-19) abstract	1-5
A	CA 1 249 760 A (ALBERTA ALKALI PETROLEUMS LIMITED) 7 February 1989 (1989-02-07) the whole document	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 00/01705

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9726314 A	24-07-1997	FR 2743570 A	18-07-1997
FR 2735785 A	27-12-1996	CA 2222704 A	09-01-1997
		EP 0835298 A	15-04-1998
		ES 2125208 T	01-03-1999
		WO 9700928 A	09-01-1997
		NO 976008 A	23-02-1998
		US 6072065 A	06-06-2000
EP 0033546 A	12-08-1981	US 4287049 A	01-09-1981
		AU 519860 B	24-12-1981
		AU 6548480 A	13-08-1981
		BR 8100087 A	11-08-1981
		CA 1142121 A	01-03-1983
		DK 49481 A	06-08-1981
		ES 499029 D	01-12-1981
		ES 8200918 A	16-02-1982
		FI 810313 A	06-08-1981
		GB 2068998 A	19-08-1981
		GR 73828 A	04-05-1984
		JP 56110797 A	02-09-1981
		NZ 195905 A	10-05-1983
		ZA 8007718 A	30-12-1981
JP 49075601 A	22-07-1974	JP 953641 C	31-05-1979
		JP 53021006 B	30-06-1978
WO 9401519 A	20-01-1994	FI 90252 B	30-09-1993
		AU 4502893 A	31-01-1994
JP 5009492 A	19-01-1993	NONE	
CA 1249760 A	07-02-1989	NONE	

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 C10M175/00

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 7 C10M

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	WO 97 26314 A (DEUTSCH RICHARD) 24 juillet 1997 (1997-07-24) le document en entier ---	1-5
A	FR 2 735 785 A (CHAVET BERNARD) 27 décembre 1996 (1996-12-27) le document en entier ---	1
A	EP 0 033 546 A (PHILLIPS PETROLEUM CO) 12 août 1981 (1981-08-12) le document en entier ---	1
-/-		

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

T document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

X document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

Y document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

Z document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

9 octobre 2000

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

16/10/2000

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Rotsaert, L

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	<p>DATABASE WPI Section Ch, Week 197507 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class H07, AN 1975-11613W XP002133686 & JP 49 075601 A (T OHKUBO), 22 juillet 1974 (1974-07-22) abrégé</p>	1
A	<p>WO 94 01519 A (EKOKEM OY AB ;LINDSJOE OLOF VERNER (FI); SAARIKOSKI HANNU SAKARI ()) 20 janvier 1994 (1994-01-20) le document en entier</p>	1
A	<p>DATABASE WPI Section Ch, Week 199308 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class H06, AN 1993-061872 XP002133687 & JP 05 009492 A (MITSUBISHI KAKOKI KAISHA), 19 janvier 1993 (1993-01-19) abrégé</p>	1-5
A	<p>CA 1 249 760 A (ALBERTA ALKALI PETROLEUMS LIMI) 7 février 1989 (1989-02-07) le document en entier</p>	1

RAPPORT RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale No

PCT/FR 00/01705

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 9726314 A	24-07-1997	FR 2743570 A	18-07-1997
FR 2735785 A	27-12-1996	CA 2222704 A	09-01-1997
		EP 0835298 A	15-04-1998
		ES 2125208 T	01-03-1999
		WO 9700928 A	09-01-1997
		NO 976008 A	23-02-1998
		US 6072065 A	06-06-2000
EP 0033546 A	12-08-1981	US 4287049 A	01-09-1981
		AU 519860 B	24-12-1981
		AU 6548480 A	13-08-1981
		BR 8100087 A	11-08-1981
		CA 1142121 A	01-03-1983
		DK 49481 A	06-08-1981
		ES 499029 D	01-12-1981
		ES 8200918 A	16-02-1982
		FI 810313 A	06-08-1981
		GB 2068998 A	19-08-1981
		GR 73828 A	04-05-1984
		JP 56110797 A	02-09-1981
		NZ 195905 A	10-05-1983
		ZA 8007718 A	30-12-1981
JP 49075601 A	22-07-1974	JP 953641 C	31-05-1979
		JP 53021006 B	30-06-1978
WO 9401519 A	20-01-1994	FI 90252 B	30-09-1993
		AU 4502893 A	31-01-1994
JP 5009492 A	19-01-1993	AUCUN	
CA 1249760 A	07-02-1989	AUCUN	

Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

10/01/9994

Applicant's or agent's file reference D00-0437	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/FR00/01705	International filing date (<i>day month year</i>) 21 June 2000 (21.06.00)	Priority date (<i>day month year</i>) 23 June 1999 (23.06.99)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C10M 175/00		
Applicant DEUTSCH, Richard		

<p>1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.</p> <p>2. This REPORT consists of a total of <u>6</u> sheets, including this cover sheet.</p> <p><input type="checkbox"/> This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).</p> <p>These annexes consist of a total of _____ sheets.</p>	
<p>3. This report contains indications relating to the following items:</p> <p>I <input checked="" type="checkbox"/> Basis of the report</p> <p>II <input type="checkbox"/> Priority</p> <p>III <input type="checkbox"/> Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability</p> <p>IV <input type="checkbox"/> Lack of unity of invention</p> <p>V <input checked="" type="checkbox"/> Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement</p> <p>VI <input type="checkbox"/> Certain documents cited</p> <p>VII <input type="checkbox"/> Certain defects in the international application</p> <p>VIII <input checked="" type="checkbox"/> Certain observations on the international application</p>	

Date of submission of the demand 28 December 2000 (28.12.00)	Date of completion of this report 27 March 2001 (27.03.2001)
Name and mailing address of the IPEA/EP Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/FR00/01705

I. Basis of the report

1. This report has been drawn on the basis of (Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to the report since they do not contain amendments)

- ☐ the international application as originally filed.
- ☒ the description. pages 1-9, as originally filed.
pages _____, filed with the demand,
pages _____, filed with the letter of _____,
pages _____, filed with the letter of _____.
- ☒ the claims. Nos. _____, as originally filed,
Nos. _____, as amended under Article 19,
Nos. _____, filed with the demand,
Nos. 1-5, filed with the letter of _____,
Nos. _____, filed with the letter of _____.
- ☐ the drawings. sheets/fig _____, as originally filed.
sheets/fig _____, filed with the demand,
sheets/fig _____, filed with the letter of _____,
sheets/fig _____, filed with the letter of _____.

2. The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description. pages _____
- ☐ the claims. Nos. _____
- ☐ the drawings. sheets/fig _____

3. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).

4. Additional observations, if necessary:

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement**1. Statement**

Novelty (N)	Claims	1-5	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-5	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-5	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations**1. Reference is made to the following documents:**

D1: EP-A-0 033546 (PHILLIPS PETROLEUM CO) 12 August 1981

D2: WO-A-94/01519 (EKOKEM OY AB et al.) 20 January 1994

D3: WO-A-97/26314 (DEUTSCH RICHARD) 24 July 1997.

2. Prior art

(i) The present invention relates to a method for decontaminating lubricating oils by extracting phenolic compounds, metals and heavy metals, a portion or all of the sulfur compounds, phosphate compounds, chlorine and chlorinated compounds.

(ii) D1 describes a method for treating waste oils. D1 describes the positive effect of glycol on the separation of metals by means of a complexing agent, for example an ammonium salt: the filtration step after precipitation is made easier.

(iii) D2 describes a method for treating waste oils. Following a clarification step for separating the

water and the carbon particles (and solids in general) using an emulsifier, the heavy metals are separated by the complexing activity of an EDTA solution. The pH value of the reaction medium is adjusted according to the heavy metal to be eliminated.

- (iv) D3 describes a method for treating waste oils. The heavy metals are separated by extraction using dispersed phase water-in-oil emulsion-type complexing agents.

3. **Novelty**

- (i) The present invention relates to a method according to Claim 1 for decontaminating lubricating oils by extracting:
- (a) phenolic compounds, the materials in suspension and the oil and silicone residues by means of glycol,
 - (b) heavy metals by means of a chelating agent,
 - (c) iron by means of a coagulant,
 - (d) a portion or all of the sulfur compounds and phosphate compounds by means of barium hydroxide, and for
 - (e) recovering the base constituents of the oils by means of fractional distillation and optionally by decolorizing the resulting products.
- (ii) None of the documents cited in the international search report discloses all the important technical features in combination. The subject matter of Claim 1 is therefore novel (PCT Article 33(2)). The same can be said for the subject matter of dependent Claims 2-5.

4. **Inventive step**

- (i) The method features of Claim 1 disclosed **in combination** mutually reinforce the effects thereof: the heavy metals are separated during steps (a) to (c) and step (d) enables sulfur-based chelating agents to be used during step (b). Step (b) enables distillation to be carried out at step (e) without the problem of fouling at the bottom of the column and enables a final treatment using simple clay to be carried out. This process appears to lead to the desired degree of purity.

This combination of features is not obvious from the prior art and thus involves an inventive step.

Therefore, the subject matter of main Claim 1 meets the requirements of PCT Article 33(3) and, consequently, the application meets the requirements of PCT Article 33(1).

VIII. Certain observations on the international application

The following observations on the clarity of the claims, description, and drawings or on the question whether the claims are fully supported by the description, are made:

1. There is an inconsistency between the description and the claims. The description suggests that the invention is limited to the use of chelating agents in an **aqueous** solution containing sodium (see page 7, lines 16-17). However, the claims do not contain such a limitation. Moreover, the description does not mention this feature in particular and nothing suggests that said feature is essential to the invention.

In such a case, the inconsistency can be overcome either by making the description broader or by limiting the claims (PCT Article 6 and PCT Examination Guidelines, IV, Ch. III-4.3).

PCT

RAPPORT D'EXAMEN PRELIMINAIRE INTERNATIONAL



(article 36 et règle 70 du PCT)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire D00-0437	POUR SUITE A DONNER voir la notification de transmission du rapport d'examen préliminaire international (formulaire PCT/IPEA/416)	
Demande internationale n° PCT/FR00/01705	Date du dépôt international (jour/mois/année) 21/06/2000	Date de priorité (jour/mois/année) 23/06/1999
Classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois classification nationale et CIB C10M175/00		
Déposant DEUTSCH, Richard		

1. Le présent rapport d'examen préliminaire international, établi par l'administration chargée de l'examen préliminaire international, est transmis au déposant conformément à l'article 36.
2. Ce RAPPORT comprend 6 feuilles, y compris la présente feuille de couverture.
 - ☐ Il est accompagné d'ANNEXES, c'est-à-dire de feuilles de la description, des revendications ou des dessins qui ont été modifiées et qui servent de base au présent rapport ou de feuilles contenant des rectifications faites auprès de l'administration chargée de l'examen préliminaire international (voir la règle 70.16 et l'instruction 607 des Instructions administratives du PCT).

Ces annexes comprennent feuilles.

3. Le présent rapport contient des indications relatives aux points suivants:
 - I ☒ Base du rapport
 - II ☐ Priorité
 - III ☐ Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle
 - IV ☐ Absence d'unité de l'invention
 - V ☒ Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration
 - VI ☐ Certains documents cités
 - VII ☐ Irrégularités dans la demande internationale
 - VIII ☒ Observations relatives à la demande internationale

Date de présentation de la demande d'examen préliminaire internationale 28/12/2000	Date d'achèvement du présent rapport 27.03.01
Nom et adresse postale de l'administration chargée de l'examen préliminaire international:  Office européen des brevets D-80298 Munich Tél. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Fonctionnaire autorisé Borello, E N° de téléphone +49 89 2399 7378 

RAPPORT D'EXAMEN PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL

Demande internationale n° PCT/FR00/01705

I. Base du rapport

1. Ce rapport a été rédigé sur la base des éléments ci-après (*les feuilles de remplacement qui ont été remises à l'office récepteur en réponse à une invitation faite conformément à l'article 14 sont considérées dans le présent rapport comme "initialement déposées" et ne sont pas jointes en annexe au rapport puisqu'elles ne contiennent pas de modifications (règles 70.16 et 70.17).*) :

Description, pages:

1-9 version initiale

Revendications, N°:

1-5 version initiale

2. En ce qui concerne la **langue**, tous les éléments indiqués ci-dessus étaient à la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue dans laquelle la demande internationale a été déposée, sauf indication contraire donnée sous ce point.

Ces éléments étaient à la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue suivante: , qui est :

- ☐ la langue d'une traduction remise aux fins de la recherche internationale (selon la règle 23.1(b)).
- ☐ la langue de publication de la demande internationale (selon la règle 48.3(b)).
- ☐ la langue de la traduction remise aux fins de l'examen préliminaire internationale (selon la règle 55.2 ou 55.3).

3. En ce qui concerne les **séquences de nucléotides ou d'acide aminés** divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), l'examen préliminaire internationale a été effectué sur la base du listage des séquences :

- ☐ contenu dans la demande internationale, sous forme écrite.
- ☐ déposé avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- ☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite.
- ☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- ☐ La déclaration, selon laquelle le listage des séquences par écrit et fourni ultérieurement ne va pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie.
- ☐ La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles du listage des séquences Présenté par écrit, a été fournie.

4. Les modifications ont entraîné l'annulation :

- ☐ de la description, pages :
- ☐ des revendications, n°s :
- ☐ des dessins, feuilles :

RAPPORT D'EXAMEN PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL

Demande internationale n° PCT/FR00/01705

5. ☐ Le présent rapport a été formulé abstraction faite (de certaines) des modifications, qui ont été considérées comme allant au-delà de l'exposé de l'invention tel qu'il a été déposé, comme il est indiqué ci-après (règle 70.2(c)) :

(Toute feuille de remplacement comportant des modifications de cette nature doit être indiquée au point 1 et annexée au présent rapport)

6. Observations complémentaires, le cas échéant :

V. Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1. Déclaration

Nouveauté Oui : Revendications 1-5
Non : Revendications

Activité inventive Oui : Revendications 1-5
Non : Revendications

Possibilité d'application industrielle	Oui :	Revendications	1-5
	Non :	Revendications	

2. Citations et explications
voir feuille séparée

VIII. Observations relatives à la demande internationale

Les observations suivantes sont faites au sujet de la clarté des revendications, de la description et des dessins et de la question de savoir si les revendications se fondent entièrement sur la description :

voir feuille séparée

Concernant le point V

Déclaration motivée selon la règle 66.2(a)(ii) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1. Il est fait référence aux documents suivants:

D1: EPA0033546 A (PHILLIPS PETROLEUM CO) 12 août 1981

D2: WO 9401519 A (EKOKEM OY AB et al.) 20 janvier 1994

D3: WO 9726314 A (DEUTSCH RICHARD) 24 juillet 1997

2. L' art antérieure

- i) La présente invention concerne un procédé qui permet de décontaminer les huiles de lubrification par l'extraction des composés phénoliques, des métaux, des métaux lourds, d'une partie ou de la totalité des composés soufrés, des composés phosphatés, du chlore et des composés chlorés.
- ii) D1 décrit un procédé de traitement des huiles usagées. D1 décrit l' effet positif du glycol sur la séparation des métaux au moyen d' un agent complexant, par exemple un sel d' ammonium: l'étape de filtration, après la précipitation, est facilitée.
- iii) D2 décrit un procédé de traitement des huiles usagées. Après une étape de clarification pour séparer l' eau et les particules de carbone (et solides en général) avec un agent émulsifiant, les métaux lourds sont séparés par l' action complexante d' une solution d' EDTA. La valeur du pH du milieu réactionnel est réglée en fonction du métal lourd à éliminer.
- iv) D3 décrit un procédé de traitement des huiles usagées. Les métaux lourds sont séparés par extraction avec des agents complexants en phase dispersée de type émulsion eau dans huile.

3. Nouveauté

- i) La présente invention concerne un procédé selon la revendication 1, qui permet de décontaminer les huiles de lubrification par l'extraction:
 - a) des composés phénoliques, les matières en suspension et les restes d'huile de silicone au moyen de glycol,
 - b) des métaux lourds au moyen d' un agent chélatant,
 - c) du fer au moyen d' un coagulant
 - d) d'une partie ou de la totalité des composés soufrés et des composés phosphatés au moyen d' hydroxyde de baryum, et
 - e) de récupérer les constituants de base des huiles par distillation fractionnée et éventuellement par une décoloration des produits ainsi obtenus.
- ii) Aucun document cités dans le rapport de recherche internationale ne divulgue toutes les caractéristiques techniques importantes en combinaison: l'objet de la revendication 1 est donc nouveau (article 33(2) PCT).
Il en est de même pour l' objet des revendications dépendantes 2-5.

4. Activité inventive

- i) Les caractéristiques de procédé énoncées **en combinaison** de la revendication 1 renforcent mutuellement leurs effets: les métaux lourds sont séparés pendant les étapes a) jusqu'à c) et l'étape d) permet l'utilisation d'agents chélatants soufrés pendant l'étape b). L'étape b) permet une distillation, étape e) sans le problème d' encrassement en fond de colonne et un traitement final par une argile simple. De fait procédé semble permettre l' obtention du degré de pureté désiré. Cette combinaison de caractéristiques ne découle pas de manière évidente de l' état de la technique, donc, de ce fait, implique une activité inventive. Donc l' objet de la revendication principale 1 satisfait au critère énoncé à l'art. 33(3)PCT et, par conséquent, la demande remplit les conditions énoncées à l'art. 33(1)PCT.

Concernant le point VIII

Observations relatives à la demande internationale

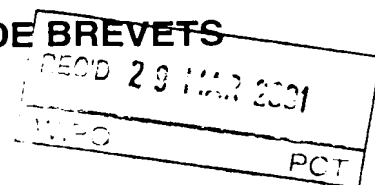
1. Discordance entre la description et les revendications: la description comporte une indication suggérant que l'invention est limitée à l'utilisation d'une solution **aqueuse** sodée d'agents chélatants, voir à la page 7 lignes 16-17, cependant les revendications ne contiennent pas une telle limitation; en outre, la description ne souligne pas particulièrement cette caractéristique, et rien ne donne à penser que ladite caractéristique est indispensable à la réalisation de l'invention.
En pareil cas, la discordance peut être supprimée soit en élargissant la description, soit en limitant les revendications (Art. 6 PCT et PCT/GL/ Section IV, Ch. III-4.3).

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

RAPPORT D'EXAMEN PRELIMINAIRE INTERNATIONAL

(article 36 et règle 70 du PCT)





Référence du dossier du déposant ou du mandataire D00-0437	POUR SUITE A DONNER voir la notification de transmission du rapport d'examen préliminaire international (formulaire PCT/IPEA/416)	
Demande internationale n° PCT/FR00/01705	Date du dépôt international (jour/mois/année) 21/06/2000	Date de priorité (jour/mois/année) 23/06/1999
Classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois classification nationale et CIB C10M175/00		
Déposant DEUTSCH, Richard		

1. Le présent rapport d'examen préliminaire international, établi par l'administration chargée de l'examen préliminaire international, est transmis au déposant conformément à l'article 36.
2. Ce RAPPORT comprend 6 feuilles, y compris la présente feuille de couverture.
 - ☐ Il est accompagné d'ANNEXES, c'est-à-dire de feuilles de la description, des revendications ou des dessins qui ont été modifiées et qui servent de base au présent rapport ou de feuilles contenant des rectifications faites auprès de l'administration chargée de l'examen préliminaire international (voir la règle 70.16 et l'instruction 607 des Instructions administratives du PCT).

Ces annexes comprennent feuilles.

3. Le présent rapport contient des indications relatives aux points suivants:
 - I ☒ Base du rapport
 - II ☐ Priorité
 - III ☐ Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle
 - IV ☐ Absence d'unité de l'invention
 - V ☒ Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration
 - VI ☐ Certains documents cités
 - VII ☐ Irrégularités dans la demande internationale
 - VIII ☒ Observations relatives à la demande internationale

Date de présentation de la demande d'examen préliminaire internationale 28/12/2000	Date d'achèvement du présent rapport 27.03.01
Nom et adresse postale de l'administration chargée de l'examen préliminaire international:  Office européen des brevets D-80298 Munich Tél. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Fonctionnaire autorisé Borello, E N° de téléphone +49 89 2399 7378 

RAPPORT D'EXAMEN PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL

Demande internationale n° PCT/FR00/01705

I. Base du rapport

1. Ce rapport a été rédigé sur la base des éléments ci-après (*les feuilles de remplacement qui ont été remises à l'office récepteur en réponse à une invitation faite conformément à l'article 14 sont considérées dans le présent rapport comme "initialement déposées" et ne sont pas jointes en annexe au rapport puisqu'elles ne contiennent pas de modifications (règles 70.16 et 70.17.)*) :

Description, pages:

1-9 version initiale

Revendications, N°:

1-5 version initiale

2. En ce qui concerne la **langue**, tous les éléments indiqués ci-dessus étaient à la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue dans laquelle la demande internationale a été déposée, sauf indication contraire donnée sous ce point.

Ces éléments étaient à la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue suivante: , qui est :

- ☐ la langue d'une traduction remise aux fins de la recherche internationale (selon la règle 23.1(b)).
- ☐ la langue de publication de la demande internationale (selon la règle 48.3(b)).
- ☐ la langue de la traduction remise aux fins de l'examen préliminaire internationale (selon la règle 55.2 ou 55.3).

3. En ce qui concerne les **séquences de nucléotides ou d'acide aminés** divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), l'examen préliminaire internationale a été effectué sur la base du listage des séquences :

- ☐ contenu dans la demande internationale, sous forme écrite.
- ☐ déposé avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- ☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite.
- ☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- ☐ La déclaration, selon laquelle le listage des séquences par écrit et fourni ultérieurement ne va pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie.
- ☐ La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles du listage des séquences Présenté par écrit, a été fournie.

4. Les modifications ont entraîné l'annulation :

- ☐ de la description, pages :
- ☐ des revendications, n°s :
- ☐ des dessins, feuilles :

**RAPPORT D'EXAMEN
PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL**

Demande internationale n° PCT/FR00/01705

5. ☐ Le présent rapport a été formulé abstraction faite (de certaines) des modifications, qui ont été considérées comme allant au-delà de l'exposé de l'invention tel qu'il a été déposé, comme il est indiqué ci-après (règle 70.2(c)) :

(Toute feuille de remplacement comportant des modifications de cette nature doit être indiquée au point 1 et annexée au présent rapport)

6. Observations complémentaires, le cas échéant :

V. Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1. Déclaration

Nouveauté	Oui : Revendications 1-5
	Non : Revendications
Activité inventive	Oui : Revendications 1-5
	Non : Revendications
Possibilité d'application industrielle	Oui : Revendications 1-5
	Non : Revendications

2. Citations et explications
voir feuille séparée

VIII. Observations relatives à la demande internationale

Les observations suivantes sont faites au sujet de la clarté des revendications, de la description et des dessins et de la question de savoir si les revendications se fondent entièrement sur la description :
voir feuille séparée

Concernant le point V

Déclaration motivée selon la règle 66.2(a)(ii) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1. Il est fait référence aux documents suivants:

D1: EPA0033546 A (PHILLIPS PETROLEUM CO) 12 août 1981

D2: WO 9401519 A (EKOKEM OY AB et al.) 20 janvier 1994

D3: WO 9726314 A (DEUTSCH RICHARD) 24 juillet 1997

2. L' art antérieure

- i) La présente invention concerne un procédé qui permet de décontaminer les huiles de lubrification par l'extraction des composés phénoliques, des métaux, des métaux lourds, d'une partie ou de la totalité des composés soufrés, des composés phosphatés, du chlore et des composés chlorés.
- ii) D1 décrit un procédé de traitement des huiles usagées. D1 décrit l' effet positif du glycol sur la séparation des métaux au moyen d' un agent complexant, par exemple un sel d' ammonium: l'étape de filtration, après la précipitation, est facilitée.
- iii) D2 décrit un procédé de traitement des huiles usagées. Après une étape de clarification pour séparer l' eau et les particules de carbone (et solides en général) avec un agent émulsifiant, les métaux lourds sont séparés par l' action complexante d' une solution d' EDTA. La valeur du pH du milieu réactionnel est réglée en fonction du métal lourd à éliminer.
- iv) D3 décrit un procédé de traitement des huiles usagées. Les métaux lourds sont séparés par extraction avec des agents complexants en phase dispersée de type émulsion eau dans huile.

3. Nouveauté

- i) La présente invention concerne un procédé selon la revendication 1, qui permet de décontaminer les huiles de lubrification par l'extraction:
 - a) des composés phénoliques, les matières en suspension et les restes d'huile de silicone au moyen de glycol,
 - b) des métaux lourds au moyen d' un agent chélatant,
 - c) du fer au moyen d' un coagulant
 - d) d'une partie ou de la totalité des composés soufrés et des composés phosphatés au moyen d' hydroxyde de baryum, et
 - e) de récupérer les constituants de base des huiles par distillation fractionnée et éventuellement par une décoloration des produits ainsi obtenus.
- ii) Aucun document cités dans le rapport de recherche internationale ne divulgue toutes les caractéristiques techniques importantes en combinaison: l'objet de la revendication 1 est donc nouveau (article 33(2) PCT).
Il en est de même pour l' objet des revendications dépendantes 2-5.

4. Activité inventive

- i) Les caractéristiques de procédé énoncées **en combinaison** de la revendication 1 renforcent mutuellement leurs effets: les métaux lourds sont séparés pendant les étapes a) jusqu'à c) et l'étape d) permet l'utilisation d'agents chélatants soufrés pendant l'étape b). L'étape b) permet une distillation, étape e) sans le problème d' encrassement en fond de colonne et un traitement final par une argile simple. De fait procédé semble permettre l' obtention du degré de pureté désiré. Cette combinaison de caractéristiques ne découle pas de manière évidente de l' état de la technique, donc, de ce fait, implique une activité inventive. Donc l' objet de la revendication principale 1 satisfait au critère énoncé à l'art. 33(3)PCT et, par conséquent, la demande remplit les conditions énoncées à l'art. 33(1)PCT.

Concernant le point VIII**Observations relatives à la demande internationale**

1. Discordance entre la description et les revendications: la description comporte une indication suggérant que l'invention est limitée à l'utilisation d'une solution **aqueuse** sodée d'agents chélatants, voir à la page 7 lignes 16-17, cependant les revendications ne contiennent pas une telle limitation; en outre, la description ne souligne pas particulièrement cette caractéristique, et rien ne donne à penser que ladite caractéristique est indispensable à la réalisation de l'invention.
En pareil cas, la discordance peut être supprimée soit en élargissant la description, soit en limitant les revendications (Art. 6 PCT et PCT/GL/ Section IV, Ch. III-4.3).

PROCEDE DE DECONTAMINATION DES HUILES MINERALES SEMI-SYNTHETIQUES ET SYNTHETIQUES USAGEES

La présente invention concerne un procédé qui permet de décontaminer
5 les huiles de lubrification modernes par l'extraction des métaux lourds,
des composés soufrés et des composés phosphatés.

Les huiles de lubrification ont subi une très forte évolution ces quinze
dernières années. Cette évolution est principalement due à
l'augmentation des performances des moteurs thermiques mis en service
10 ces dernières années.

Il y a quelques dizaines d'années, la lubrification était faite par une huile
de base simplement extraite par distillation d'un pétrole brut en
raffinerie.

Très rapidement les performances lubrifiantes ont été augmentées par
15 des additifs. Une nouvelle augmentation de performances a été obtenue
par l'adjonction de nouveaux additifs, notamment des polymères qui ont
pour fonction d'épaissir l'huile à haute température.

Une autre augmentation de performances a été obtenue en ajoutant des
huiles de synthèse de type polyalphaoléfine. Ces huiles de synthèse
20 permettent d'abaisser notablement le point de congélation des huiles
lubrifiantes (jusqu'à -50°C , si nécessaire).

Les huiles de lubrification modernes sont composées actuellement:

- d'huile minérale dite huile de base,
- d'huiles minérales ayant subi un traitement d'hydrogénation, qui en fait
25 des huiles à haut indice de viscosité,
- d'huiles de synthèse de type polyalphaoléfine,

- d'additifs.

Après utilisation, les performances de lubrification des huiles sont très dégradées ce qui nécessite le changement de ces huiles.

Les huiles de lubrification usagées proviennent principalement de
5 l'opération de vidange des moteurs d'automobiles. Ces huiles usagées
sont extrêmement toxiques et une loi impose leur collecte et leur
élimination en centres agréés dans toute l'Europe et les pays
Nord-Américains.

L'huile usagée, dite aussi huile de vidange des moteurs, se compose des
10 ingrédients précédents auxquels viennent s'ajouter les souillures dues au
fonctionnement des moteurs aux températures d'utilisation (plus de
300°C). En fait, cette huile contient des constituants volatils (eau,
essence, gazole), des composés solubles dans l'huile formés par
oxydation (résines, savons métalliques, additifs d'indice de viscosité,
15 composés organo-métalliques), des composés insolubles dans les huiles
(particules de carbone, poussières atmosphériques, métaux, oxydes
métalliques, oxydes de plomb maintenus en suspension par les
détergents additionnés aux huiles), des additifs renfermant un métal, des
additifs dispersants, des additifs sans cendre, des additifs antioxydants et
20 anti-corrosifs, des métaux provenant de canalisations ou de raccords (fer,
cuivre, plomb), de coussinets (argent, cadmium), ou de carburants
(plomb tétraéthyle, entre autres).

La liste des produits cités n'est pas limitative mais donnée à titre
d'exemple. Les descriptions sont communiquées à titre illustratif mais
25 non limitatif.

L'huile s'altère et se colore par action oxydante dans les moteurs, par
formation de vernis colorés et sous l'action du soufre.

La régénération et le recyclage de ces huiles ont été une industrie florissante jusqu'au début des années 1990, qui s'est dégradée du fait de la présence dans les huiles de vidange des polymères qui ont rendu la redistillation très complexe.

- 5 En effet, au cours de l'opération de redistillation de ces huiles de vidange, l'évaporation de la phase huileuse laisse les polymères seuls au fond de la colonne de distillation.

Tant que ces polymères sont dans la colonne de distillation à une température supérieure à 150°C, ils restent en phase liquide, mais dès
10 qu'ils sortent de la colonne de distillation et qu'ils entrent dans un échangeur thermique, ils se solidifient et, à une température inférieure à 100°C, ils bloquent tout le processus de distillation.

Ce phénomène de prise en masse des polymères dans les échangeurs thermiques a amené la fermeture ou l'arrêt d'exploitation de la plupart
15 des usines de régénération des huiles de vidange dans le monde.

Un autre phénomène a touché de plein fouet l'industrie de la régénération.

En effet, l'élimination des métaux lourds, des métalloïdes, des produits complexes, des goudrons, des résidus colloïdaux et d'autres contenus
20 dans les huiles usagées des moteurs est réalisée actuellement par action combinée de la chaleur, de l'acide sulfurique, des terres décolorantes, des la filtration, de la centrifugation, de la distillation.

Cette technique utilisant l'acide sulfurique commence à devenir illégale dans plusieurs pays européens (Espagne, Bénélux, Grande-Bretagne...),
25 ce qui entraîne l'arrêt des unités de régénération utilisant cette technique.

De plus, cette technique utilisant l'acide sulfurique en combinaison avec de très hautes températures de distillation amène la production de

produits aromatiques polynucléaires considérés comme cancérogènes, les autorités de tutelle imposant leur stricte limitation.

L'ensemble de ces faits produit la situation paradoxale suivante : les huiles de vidange qui sont composées de produits de plus en plus chers, et qui pourraient permettre par leur récupération des profits intéressants, sont actuellement dirigées vers l'incinération en cimenterie au lieu d'être recyclées.

De plus, les huiles minérales et synthétiques contenues dans les huiles de vidange gardent de bonnes qualités spécifiques après leur utilisation, car elles sont très stables thermiquement.

En outre, la technique de régénération actuelle utilisant de hautes températures de distillation (supérieures à 350°C) génère des phénomènes de craquage donnant une forte odeur à l'huile régénérée.

Cette forte odeur entraîne une décote importante du prix de vente de l'huile régénérée. Ces phénomènes de craquage génèrent aussi une coloration des huiles imposant un traitement de décoloration poussé sur des terres décolorantes, occasionnant un surcoût notable de production.

Ce surcoût notable est dû à la nécessité de retraiter et d'éliminer les terres décolorantes (de type argile activée) utilisées. Enfin, la mise en décharge après retraitement est de plus en plus problématique.

Compte tenu des investissements mis en jeu, il est important de mettre en œuvre un procédé permettant une meilleure valorisation du recyclage.

L'invention résout ce problème technique et économique par un procédé de décontamination des huiles de lubrification, contenant des huiles minérales et des huiles semi-synthétiques et synthétiques, usagées dites huiles de vidange, caractérisé par les étapes suivantes :

- a) on met les huiles à traiter dans un récipient, on leur ajoute de 1 à 2% en poids de glycol, on chauffe à 60°C, on agite puis on laisse refroidir et décant, pour que se constitue une phase aqueuse contenant le glycol et les produits phénoliques extraits de la phase huileuse ainsi que les matières en suspension et les restes d'huile de silicone éventuellement présente en tant qu'additif anti-mousse,
- b) on soutire la phase aqueuse, on ajoute à la phase huileuse un agent chélatant, en quantité stoechiométrique ou légèrement supérieure à la quantité stoechiométrique par rapport aux composés à éliminer dans l'étape, en solution sodée à un pH ne dépassant pas 7, de préférence à pH 6, on porte la température à 60°-80°C, on agite pendant au moins une heure, puis on centrifuge pour séparer de la phase huileuse la solution sodée contenant les métaux lourds chélatés extraits des huiles,
- c) on ajoute à la phase huileuse obtenue après centrifugation un coagulant, en quantité stoechiométrique ou légèrement supérieure à la quantité stoechiométrique par rapport aux composés à éliminer dans l'étape, en milieu aqueux acide pour extraire le fer, et on sépare la phase aqueuse obtenue,
- d) on ajoute à la phase huileuse de l'hydroxyde de baryum en suspension ou en solution, en quantité stoechiométrique ou légèrement supérieure à la quantité stoechiométrique par rapport aux composés à éliminer dans l'étape, dans de l'eau pour faire précipiter les ions sulfate et phosphate sous forme de sulfate et de phosphate de baryum que l'on sépare par décantation ou par centrifugation,

e) on effectue une distillation fractionnée pour récupérer les constituants de base des huiles, et éventuellement une décoloration des produits ainsi obtenus,

les étapes b et c et c et d pouvant être inversées à la condition que l'étape
5 d soit effectuée postérieurement à l'étape b.

Avantageusement, l'étape b est répétée après l'étape c. De préférence, la décoloration de l'étape e est effectuée avec une argile.

Avantageusement, l'agent coagulant de l'étape c est choisi dans le groupe comprenant les hydroxydes de métaux trivalents, les amines et les
10 polyamines, et l'acide utilisé pour amener le pH à une valeur acide est un acide organique ou un acide inorganique fort.

Lorsque les huiles de vidange proviennent uniquement de véhicules automobiles, c'est-à-dire lorsqu'elles n'ont pas été mélangées – pour des problèmes de transport – à d'autres huiles usagées d'origine industrielle,
15 il est possible d'effectuer simultanément les étapes b et c, c'est-à-dire d'effectuer simultanément l'addition du chélatant et du coagulant.

Le problème de la décontamination des huiles usagées est le suivant : il faut éliminer les métaux, les métaux lourds, une partie ou la totalité des composés soufrés, les composés phosphatés, le chlore, les composés
20 chlorés et les composés phénoliques.

Dans un procédé industriel de recyclage des huiles de vidange, lesdites huiles arrivent dans un camion de collecte, de type camion-citerne, et les huiles de vidange (ou usagées), sont alors transférées dans un réservoir de stockage.

25 Lors de leur collecte, ces huiles sont généralement mélangées à de l'eau (environ 4 à 5%).

A partir de ce réservoir, le processus de décontamination consiste à : reprendre par pompage les huiles usagées dans un réservoir cylindrique à embase conique, équipé d'un serpentin de chauffage et d'un moyen d'agitation de type hélice contrarotative ou air comprimé.

- 5 L'huile usagée est mélangée avec 1 à 2% de glycol pour éliminer les composés phénoliques. L'ensemble est porté à une température d'au moins 60°C, agité, puis laissé au repos pour obtenir une séparation des phases par décantation.

10 La phase aqueuse se positionne dans le bas du réservoir, c'est-à-dire dans la partie conique, pourvue d'un robinet de soutirage ; cette phase aqueuse contient les glycols mélangés aux produits phénoliques et toutes les particules en suspension (fer, carbone, sable, etc...) qui se seront déposées, ainsi que l'huile de silicone (additif anti-mousse) résiduelle.

- 15 Cette phase aqueuse mélangée à ces composants est soutirée afin de ne laisser que la phase huileuse dans le réservoir.

On procède alors à l'injection d'agents chélatants en solution aqueuse sodée et à un pH de 6 ou légèrement supérieur.

- 20 On amène l'ensemble à une température comprise entre 60°C et 80°C et on brasse pendant une heure au moins pour complexer les métaux lourds (dont le zinc) par les agents chélatants.

A la fin de cette étape, l'ensemble est centrifugé afin de séparer l'huile des métaux lourds complexés qui sont dans la solution aqueuse.

Cette opération extrait entre 80 et 90% des métaux lourds tandis que le sodium neutralise le chlore.

Après centrifugation, la phase huileuse est dirigée dans un autre réservoir de type à fond conique. On ajoute alors, en faible quantité, un coagulant en milieu acide qui permet l'extraction du fer.

Le coagulant est choisi par exemple dans le groupe comprenant les
5 hydroxydes de métaux trivalents, les amines et les polyamines et l'acide utilisé pour amener le pH à une valeur acide est un acide organique ou un acide inorganique fort.

Dans l'étape suivante, on ajoute de l'hydroxyde de baryum en suspension dans de l'eau. cet hydroxyde fait précipiter les ions phosphate et sulfate.

10 Il est à noter que l'utilisation de cet hydroxyde de baryum permet l'utilisation d'agents chélatants soufrés, car son action permet de contrôler le niveau de soufre résiduel dans les huiles, selon les desiderata du client final, qui peut exiger des niveaux de soufre résiduels dans l'huile variables, mais ne dépassant pas un seuil compris généralement
15 entre 3000 et 3500 ppm.

L'ensemble est alors décanté ou centrifugé, ce qui permet d'obtenir une huile décontaminée pouvant être distillée par fractionnement.

La décontamination du fait de l'élimination du zinc et de ses dérivés permet une distillation d'autant plus facile à conduire que les
20 phénomènes d'encrassement dus à la recombinaison du zinc avec les produits en fond de colonne sont éliminés. Si un degré supérieur de pureté de l'huile est exigé, on peut éventuellement recommencer une phase avec mélange d'agents chélatants, si nécessaire.

Suivant la composition des huiles traitées ou les spécifications du produit
25 final désiré, les phases du traitement pourront être modifiées, par exemple le traitement par l'hydroxyde de baryum peut précéder la phase d'élimination des métaux lourds.

Un autre avantage de ce traitement de décontamination est qu'il permet de remplacer dans le traitement final, les terres décolorantes activées par une argile simple (bentonite et dérivés). L'avantage au niveau des coûts est considérable, une terre décolorante valant 6 à 8 fois le prix d'une
5 argile.

L'ensemble de ces opérations est nécessaire pour amener les huiles aux spécifications désirées par le marché.

De plus, cette décontamination opérée en phase initiale avant distillation, contrairement aux méthodes appliquées jusqu'alors, permet de préserver
10 l'unité de distillation et de conduire celle-ci à très basse température, ce qui permettra de ne pas induire de phénomène de craquage des polymères et donc de séparer ceux-ci de l'huile beaucoup plus facilement et d'obtenir un fractionnement beaucoup plus aisé à conduire.

REVENDICATIONS

1. Procédé de décontamination des huiles de lubrification, contenant des huiles minérales et des huiles semi-synthétiques et synthétiques, usagées
5 dites huiles de vidange, caractérisé par les étapes suivantes :
- a) on met les huiles à traiter dans un récipient, on leur ajoute de 1 à 2% en poids de glycol, on chauffe à 60°C, on agite puis on laisse refroidir et décanter, pour que se constitue une phase aqueuse contenant le glycol et les produits phénoliques extraits de la phase huileuse ainsi
10 que les matières en suspension et les restes d'huile de silicone éventuellement présente en tant qu'additif anti-mousse,
- b) on soutire la phase aqueuse, on ajoute à la phase huileuse un agent chélatant en quantité stoechiométrique ou légèrement supérieure à la quantité stoechiométrique par rapport aux composés à éliminer dans
15 l'étape, en solution sodée à un pH ne dépassant pas 7, de préférence à pH 6, on porte la température à 60°-80°C, on agite pendant au moins une heure, puis on centrifuge pour séparer de la phase huileuse la solution sodée contenant les métaux lourds chélatés extraits des huiles.
- 20 c) on ajoute à la phase huileuse obtenue après centrifugation un coagulant, en quantité stoechiométrique ou légèrement supérieure à la quantité stoechiométrique par rapport aux composés à éliminer dans l'étape, en milieu aqueux acide pour extraire le fer, et on sépare la phase aqueuse obtenue.
- 25 d) on ajoute à la phase huileuse de l'hydroxyde de baryum en suspension ou en solution, en quantité stoechiométrique ou légèrement supérieure à la quantité stoechiométrique par rapport aux composés à

éliminer dans l'étape, dans de l'eau pour faire précipiter les ions sulfate et phosphate sous forme de sulfate et de phosphate de baryum que l'on sépare par décantation ou par centrifugation,

- 5 e) on effectue une distillation fractionnée pour récupérer les constituants de base des huiles, et éventuellement une décoloration des produits ainsi obtenus.

les étapes b et c et c et d pouvant être inversées à la condition que l'étape d soit effectuée postérieurement à l'étape b.

- 10 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, si nécessaire, l'étape b est répétée après l'étape c.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape b et l'étape c sont effectuées simultanément.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la décoloration de l'étape e est effectuée avec une argile.

- 15 5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'agent coagulant de l'étape c est choisi dans le groupe comprenant les hydroxydes de métaux trivalents, les amines et les polyamines, et l'acide utilisé pour amener le pH à une valeur acide est un acide organique ou un acide inorganique fort.

PCT/FR 00/01705

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 197507 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class H07, AN 1975-11613W XP002133686 & JP 49 075601 A (T OHKUBO), 22 July 1974 (1974-07-22) abstract ----	1
A	WO 94 01519 A (EKOKEM OY AB ;LINDSJOE OLOF VERNER (FI); SAARIKOSKI HANNU SAKARI () 20 January 1994 (1994-01-20) the whole document ----	1
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 199308 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class H06, AN 1993-061872 XP002133687 & JP 05 009492 A (MITSUBISHI KAKOKI KAISHA), 19 January 1993 (1993-01-19) abstract ----	1-5
A	CA 1 249 760 A (ALBERTA ALKALI PETROLEUMS LIMI) 7 February 1989 (1989-02-07) the whole document -----	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 00/01705

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9726314	A	24-07-1997	FR 2743570 A	18-07-1997
FR 2735785	A	27-12-1996	CA 2222704 A	09-01-1997
			EP 0835298 A	15-04-1998
			ES 2125208 T	01-03-1999
			WO 9700928 A	09-01-1997
			NO 976008 A	23-02-1998
			US 6072065 A	06-06-2000
EP 0033546	A	12-08-1981	US 4287049 A	01-09-1981
			AU 519860 B	24-12-1981
			AU 6548480 A	13-08-1981
			BR 8100087 A	11-08-1981
			CA 1142121 A	01-03-1983
			DK 49481 A	06-08-1981
			ES 499029 D	01-12-1981
			ES 8200918 A	16-02-1982
			FI 810313 A	06-08-1981
			GB 2068998 A	19-08-1981
			GR 73828 A	04-05-1984
			JP 56110797 A	02-09-1981
			NZ 195905 A	10-05-1983
			ZA 8007718 A	30-12-1981
JP 49075601	A	22-07-1974	JP 953641 C	31-05-1979
			JP 53021006 B	30-06-1978
WO 9401519	A	20-01-1994	FI 90252 B	30-09-1993
			AU 4502893 A	31-01-1994
JP 5009492	A	19-01-1993	NONE	
CA 1249760	A	07-02-1989	NONE	

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 C10M175/00

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 7 C10M

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	WO 97 26314 A (DEUTSCH RICHARD) 24 juillet 1997 (1997-07-24) le document en entier ---	1-5
A	FR 2 735 785 A (CHAVET BERNARD) 27 décembre 1996 (1996-12-27) le document en entier ---	1
A	EP 0 033 546 A (PHILLIPS PETROLEUM CO) 12 août 1981 (1981-08-12) le document en entier ---	1
-/--		



Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents



Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"Z" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

9 octobre 2000

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

16/10/2000

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentiaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Rotsaert, L

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	<p>DATABASE WPI Section Ch, Week 197507 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class H07, AN 1975-11613W XP002133686 & JP 49 075601 A (T OHKUBO), 22 juillet 1974 (1974-07-22) abrégé</p> <p>---</p>	1
A	<p>WO 94 01519 A (EKOKEM OY AB ; LINDSJÖE OLOF VERNER (FI); SAARIKOSKI HANNU SAKARI () 20 janvier 1994 (1994-01-20) le document en entier</p> <p>---</p>	1
A	<p>DATABASE WPI Section Ch, Week 199308 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class H06, AN 1993-061872 XP002133687 & JP 05 009492 A (MITSUBISHI KAKOKI KAISHA), 19 janvier 1993 (1993-01-19) abrégé</p> <p>---</p>	1-5
A	<p>CA 1 249 760 A (ALBERTA ALKALI PETROLEUMS LIMI) 7 février 1989 (1989-02-07) le document en entier</p> <p>-----</p>	1

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale No

PCT/FR 00/01705

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 9726314 A	24-07-1997	FR 2743570 A	18-07-1997
FR 2735785 A	27-12-1996	CA 2222704 A	09-01-1997
		EP 0835298 A	15-04-1998
		ES 2125208 T	01-03-1999
		WO 9700928 A	09-01-1997
		NO 976008 A	23-02-1998
		US 6072065 A	06-06-2000
EP 0033546 A	12-08-1981	US 4287049 A	01-09-1981
		AU 519860 B	24-12-1981
		AU 6548480 A	13-08-1981
		BR 8100087 A	11-08-1981
		CA 1142121 A	01-03-1983
		DK 49481 A	06-08-1981
		ES 499029 D	01-12-1981
		ES 8200918 A	16-02-1982
		FI 810313 A	06-08-1981
		GB 2068998 A	19-08-1981
		GR 73828 A	04-05-1984
		JP 56110797 A	02-09-1981
		NZ 195905 A	10-05-1983
		ZA 8007718 A	30-12-1981
JP 49075601 A	22-07-1974	JP 953641 C	31-05-1979
		JP 53021006 B	30-06-1978
WO 9401519 A	20-01-1994	FI 90252 B	30-09-1993
		AU 4502893 A	31-01-1994
JP 5009492 A	19-01-1993	AUCUN	
CA 1249760 A	07-02-1989	AUCUN	